

DE 004036328 A

JUL 1991

<p>91-216361/30 A23 E13 F06 DETE-15.11.90          DEUTSCH TEXTILFORSCH *DE 4036-328-A          11.01.90-DE-000597 (+ DE-036328) (18.07.91) D061-03/02          D06p-01/48 D06p-03/54          Dyeing or printing textile esp. polyester - using cyclodextrin or          deriv. as levelling agent for disperse dyestuff          C91-093920</p>	<p>A(3-AA, 5-E1B2, 8-M1A, 11-A1A, 11-C4A, 12-S5N) E(6-A3)          F(3-F7, 3-F18, 3-F32)</p>
<p>Dyeing or printing of textile substrates, esp. those contg.          polyester, with disperse dyestuffs is carried out with a          dyebath or printing ink contg. cyclodextrin(s) and/or          deriv(s). as ancillary (I).</p>	<p>wt. of 400-2000, esp. 900-1400. The pref. derivs. are          dextrin ethers and esters, sulphated, sulphonated and/or          halogenated dextrins, dextrin ethers and esters and/or          alkylated derivs. of these.</p>
<p><u>USE/ADVANTAGE</u>          Level dyeing and prints are obtd. in short dyeing or          steaming times.</p>	<p><u>PREFERRED PROCESS</u>          Dyeing is carried out by the exhaustion technique at          a goods/liquor ratio of 1:3-40, pref. 1:8-15, 110-150,          pref. 120-135°C and pH 3.5-7. After dyeing, the pH is          adjusted to 8-10 or an oxidant, esp. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> or a water-          soluble persalt, is added.</p>
<p><u>PREFERRED COMPOSITION</u>          (I) is used at a concn. of 0.01-10, pref. 0.03-3 wt.% in          the dyebath or ink. Suitable (I) are cyclodextrin with          5-12 glucose units, esp. α,β- and/or γ-cyclodextrins and/or          their derivs. Pref. (I) is a mixt. of α-,β- and γ-          cyclodextrins, each in a conc. of 3-30 wt.%; or          β-cyclodextrin and/or a deriv. of this; and mixts. of these          with linear dextrins and/or their derivs., pref. with a mol.</p>	<p><u>EXAMPLE</u>          1.35 kg packages of polyester multifilament yarn were          dyed in liquor contg. 2% C.I. Disperse Orange 13 and opt.          levelling agent, adjusted to pH 4.8 with acetic acid and Na          acetate. The liquor was circulated at 30 l/kg.min. and          the goods/liquor ratio was 1:18. The dyebath was heated          from 70°C to 130°C at 2°C/min, kept 15 min at 130°C and          cooled to 70°C at 5°C/min, then the packages were          washed thoroughly with hot and cold water and dried.          The fig. shows the difference in levelness (delta E) vs.</p>

DE4036328-A+

C 1991 DERWENT PUBLICATIONS LTD.

128, Theobalds Road, London WC1X 8RP, England

US Office: Derwent Inc., 1313 Dolley Madison Boulevard,  
Suite 401, McLean, VA22101, USA

Unauthorised copying of this abstract not permitted

distance from the centre of the package (mm). These results indicate that addn. of 1 g/l commercially available levelling agent (based on alkylphenol and fatty acid poly lycol ether) results in very unlevel dyeing up to 20 mm from the centre of the package. The dyeing is more level without levelling agent but much more level on addn. of 0.3 g/l beta-cyclodextrin or 3 g/l dextrin mixt. contg. linear dextrans and 15-22% mixt. of 5-7% alpha-cyclodextrin, 3-5% beta-cyclodextrin and 7-10% gamma-cyclodextrin.

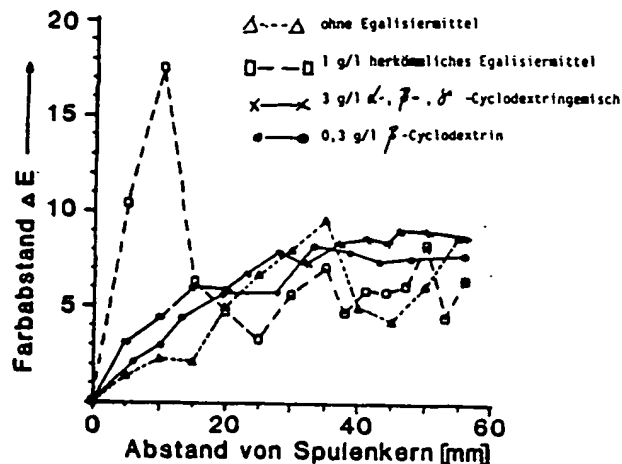
Key to fig.:

ohne Egalisiermittel = without levelling agent.

herkömmliches Egalisiermittel = commercially available levelling agent.

Cyclodextringemisch = cyclodextrin mixt.

(6pp016GBDwgNol/1).



DE4036328-A

C 1991 DERWENT PUBLICATIONS LTD.  
 128, Theobalds Road, London WC1X 8RP, England  
 US Office: Derwent Inc., 1313 Dolley Madison Boulevard,  
 Suite 401, McLean, VA22101, USA  
 Unauthorised copying of this abstract not permitted

19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift  
10 DE 40 36 328 A 1

21 Aktenzeichen: P 40 36 328.7  
22 Anmeldetag: 15. 11. 90  
43 Offenlegungstag: 18. 7. 91

51 Int. Cl.<sup>5</sup>:  
D 06 P 1/48  
D 06 P 1/16  
D 06 P 3/54  
D 06 L 3/02  
// C08B 37/16, C09D  
11/02, C09B 31/062

30 Innere Priorität: 32 33 31  
11.01.90 DE 40 00 597.6

71 Anmelder:  
Deutsches Textilforschungszentrum Nord-West eV,  
4150 Krefeld, DE

72 Vertreter:  
Hauck, H., Dipl.-Ing. Dipl.-Wirtsch.-Ing., 8000  
München; Graafs, E., Dipl.-Ing., 2000 Hamburg;  
Wehnert, W., Dipl.-Ing., 8000 München; Döring, W.,  
Dipl.-Wirtsch.-Ing. Dr.-Ing.; Beines, U., Dipl.-Chem.  
Dr.rer.nat., Pat.-Anwälte, 4000 Düsseldorf

72 Erfinder:  
Knittel, Dierk, Dr.; Buschmann, Hans-Jürgen, Dr.,  
4150 Krefeld, DE; Schollmeyer, Eckhard, Prof.  
Dr.rer.nat. habil, 4152 Kempen, DE

Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Substraten

Es wird ein Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Substraten mit Dispersionsfarbstoffen, insbesondere zum Färben oder Bedrucken von polyesterhaltigen Substraten, beschrieben. Hierbei behandelt man das Substrat mit einer ein Hilfsmittel enthaltenden Färbeflotte bzw. einer ein Hilfsmittel enthaltenden Druckpaste, wobei ein solches Hilfsmittel verwendet wird, das Cyclodextrin und/oder mindestens ein Derivat von Cyclodextrin enthält.

DE 40 36 328 A 1

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Substraten mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 1.

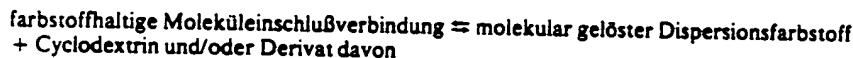
- Es ist bekannt, daß Dispersionsfarbstoffe, die insbesondere zum Färben bzw. Bedrucken von textilen Substraten aus Polyester, Triacetat, Nomex, Keflar sowie Mischungen der zuvor genannten Substrate mit Naturfasern eingesetzt werden, eine extrem geringe Löslichkeit in einem wäßrigen System, d. h. der Färbeflotte bzw. Druckpaste, besitzen. Um jedoch hierbei ein ausreichend großes Angebot an moleküldispers gelöstem Farbstoff aufrechtzuerhalten, werden Hilfsmittel, bei denen es sich beispielsweise um tensidische Substanzen handelt, dem Färbebad bzw. der Druckpaste zugesetzt, wobei diese Hilfsmittel in der Färberei auch üblicherweise als Egalisiermittel bezeichnet werden. Diese Hilfsmittel übernehmen als Mizellen die Funktion eines Reservoirs für den moleküldispersen Dispersionsfarbstoff, so daß durch eine derartige mizellare Solubilisierung eine erheblich erhöhte Gesamtkonzentration an moleküldispers gelöstem Farbstoff vorgegeben werden kann. Dieser moleküldispers gelöste Farbstoff wird dann während des Färbvorgangs bzw. des Druckvorganges durch Zerfall der Mizellen freigesetzt, so daß der Farbstoff in das textile Substrat eindiffundieren kann.

Die bei den bekannten Verfahren eingesetzten tensidischen Substanzen bestehen beispielsweise aus Produkten auf Basis von Polyglykolester, Alkylaminpolyglykoletherphosphat, Alkylpolyglykolester und Mischungen aus Alkylphenol mit Fettsäurepolyglykolethern.

- Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der angegebenen Art zur Verfügung zu stellen, mit dem besonders egale Färbungen bzw. Drucke innerhalb verkürzter Färbezeiten bzw. Dämpfzeiten hergestellt werden können.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren mit den kennzeichnenden Merkmalen des Patentanspruchs 1 gelöst.

- Erfindungsgemäß wird somit ein Verfahren zum Färben bzw. Bedrucken von textilen Substraten mit Dispersionsfarbstoffen, insbesondere zum Färben von polyesterhaltigen Substraten, vorgeschlagen, bei dem man das Substrat mit einer ein Hilfsmittel enthaltenden Färbeflotte bzw. ein Hilfsmittel enthaltenden Druckpaste behandelt. Hierbei wird als Hilfsmittel ein solches Hilfsmittel verwendet, das mindestens ein Cyclodextrin und/oder mindestens ein Derivat von Cyclodextrin enthält. Hierbei wird angenommen, daß das Cyclodextrin bzw. das entsprechende Derivat davon mit dem moleküldispersen Dispersionsfarbstoff einen Molekülkomplex bildet, wobei dieser Molekülkomplex als Moleküleinschlußverbindung ausgebildet ist, d. h. in das Cyclodextrin bzw. in das Derivat davon ist der moleküldisperse Dispersionsfarbstoff eingelagert. Hierbei besitzen im wäßrigen System im Vergleich zum reinen Dispersionsfarbstoff diese eine erheblich vergrößerte Löslichkeit, so daß hierdurch stets die für die Färbung bzw. für das Bedrucken erforderliche Konzentration an molekular gelöstem Dispersionsfarbstoff zur Verfügung gestellt wird. Darüber hinaus stellt sich im wäßrigen System sehr schnell das Gleichgewicht



- ein, was dazu führt, daß relativ geringe Mengen an Cyclodextrin bzw. eines Derivates davon im Färbebad bzw. in der Druckpaste eine Bereitstellung der erforderlichen Konzentration an molekular gelöstem Dispersionsfarbstoff sicherstellt.

- Durch Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens lassen sich eine Reihe von Vorteilen erzielen. So konnte beispielsweise festgestellt werden, daß bei Ausziehfärbverfahren, die unter Verwendung von Cyclodextrin bzw. Derivaten davon als Egalisiermittel durchgeführt wurden, die Gesamtfärbezeit im Vergleich zu einem konventionellen Ausziehfärbverfahren erheblich reduziert wurde. Dies hängt einerseits damit zusammen, daß bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Aufheizrate erhöht und andererseits die Färbezeit bei Endtemperatur verringert werden konnte, ohne daß es dabei selbst bei schlecht egalisierenden Farbstoffen zu Egalitätsproblemen kam. Bei der Fixierung von Drucken konnte die Verweilzeit der bedruckten Substrate im Dämpfer im Vergleich zu konventionell bedruckten Substraten um etwa 10% bis etwa 40% reduziert werden, wobei selbst bei großflächigen Deckern keine Unequalitäten oder Farbabläufe feststellbar sind. Auch konnte insbesondere durch Toxizitätstests festgestellt werden, daß die Cyclodextrine bzw. die entsprechenden Derivate davon selbst bei einer oralen Verabreichung ungefährlich sind. Da sie darüber hinaus als Stärkederivate vielfältigen enzymatischen Abbaureaktionen unterliegen, belasten sie das Abwasser nicht nennenswert. Auch besitzen die Cyclodextrine bzw. die entsprechenden Derivate einen günstigen CSB-Wert und schädigen darüber hinaus nicht die Bakterienkulturen von biologischen Kläranlagen.

In dem vorliegenden Text soll unter dem Begriff Dispersionsfarbstoff selbstverständlich nicht nur ein einzelner Dispersionsfarbstoff, sondern auch eine Kombination von verschiedenen Dispersionsfarbstoffen, wie sie üblicherweise zum Färben oder Drucken eingesetzt wird, verstanden werden.

- Abhängig von der Molekülgröße des jeweils eingesetzten Dispersionsfarbstoffes richtet sich auch das jeweils eingesetzte Cyclodextrin bzw. das entsprechende Derivat. Üblicherweise verwendet man Cyclodextrine und/oder Derivate davon, die zwischen 5 und 12 Glukoseeinheiten besitzen. Besonders gute Ergebnisse bezüglich der Egalität und der Geschwindigkeit des Fixierens des Farbstoffes erzielt man, wenn man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren  $\alpha$ -,  $\beta$ - und/oder  $\gamma$ -Cyclodextrin bzw. die nachfolgend noch beschriebenen Derivate davon einsetzt. Hier konnte festgestellt werden, daß diese zuvor genannten drei Cyclodextrine (bzw. die entsprechenden Derivate davon) insbesondere mit solchen Dispersionsfarbstoffen, die einen kleineren bis mittelgroßen Molekülaufbau besitzen, besonders geeignete Moleküleinschlußverbindungen bilden, so daß diese drei zuvor genannten Cyclodextrine bevorzugt verwendet werden.

Um die zuvor beschriebene Selektierung der Cyclodextrine bzw. deren Derivate von der Molekülgröße der eingesetzten Dispersionsfarbstoffe zu vermeiden, sieht eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens vor, daß als Hilfsmittel ein Gemisch von  $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\gamma$ -Cyclodextrin und/oder Derivaten davon verwendet wird. Hierdurch wird sichergestellt, daß sowohl kleinere Farbstoffmoleküle als auch mittelgroße und große Farbstoffmoleküle einwandfrei innerhalb des Hohlraumes der Cyclodextrine eingelagert werden, so daß die Anwendungsmöglichkeiten eines derartigen Gemisches entsprechend vielfältig ist.

Üblicherweise enthält ein derartiges Gemisch, das  $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\gamma$ -Cyclodextrin bzw. das entsprechende Derivat davon jeweils in einer Konzentration zwischen 3 Gew.-% und 30 Gew.-%, wobei die zu 100 Gew.-% noch fehlenden Bestandteile üblicherweise aus linearen Dextrinen und/oder Cyclodextrinen mit 5 und/oder 8 bis 14 Glukoseeinheiten bestehen.

Besonders gute Ergebnisse bezüglich der Egalität und Farbstoffausbeute erzielt man bei einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei dem man als Hilfsmittel  $\beta$ -Cyclodextrin und/oder ein Derivat davon einsetzt. Hierbei eignet sich ein derartiges Hilfsmittel insbesondere zum Färben mit Dispersionsfarbstoffen, die eine kleinere bis mittlere Molekülgröße besitzen, da diese Farbstoffmoleküle aufgrund ihrer Größe moleküldispers im Hohlraum des  $\beta$ -Cyclodextrins eingelagert werden.

Die Konzentration der Cyclodextrine und/oder der Derivate davon richtet sich einerseits nach dem jeweils angewendeten Verfahren und andererseits nach der Konzentration der verwendeten Farbstoffe. Üblicherweise variiert die Konzentration der zuvor genannten Hilfsmittel zwischen 0,01 Gew.-% und 10 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 0,03 Gew.-% und 3 Gew.-%, jeweils bezogen auf die Färbeflotte bzw. Druckpaste. Allgemein läßt sich festhalten, daß bei Verwendung der Cyclodextrine bzw. der entsprechenden Derivate in einer Druckpaste deren Konzentration im Vergleich zur Verwendung der Cyclodextrine bzw. deren Derivate in der Färbeflotte (bei Ausziehfarbverfahren in einem Flottenverhältnis von 1 : 5 bis etwa 1 : 20) um einen Faktor 5 bis 20 höher ist. Bei Farbstoffkonzentrationen unter 0,5 Gew.-% beträgt vorzugsweise bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Hilfsmittelkonzentration etwa 0,01 Gew.-% bis etwa 1 Gew.-%, bei Farbstoffkonzentrationen zwischen etwa 0,5 Gew.-% und etwa 3 Gew.-% beträgt vorzugsweise die Hilfsmittelkonzentration etwa 1 Gew.-% bis 3 Gew.-% und bei Farbstoffkonzentrationen über 3 Gew.-% beträgt vorzugsweise die Konzentration der Cyclodextrine bzw. deren Derivate zwischen 3 Gew.-% und 10 Gew.-%, wobei die Farbstoffkonzentrationen sich jeweils für die Färbverfahren auf das Warengewicht und für die Druckverfahren auf das Druckpastengewicht und die zuvor genannten Hilfsmittelkonzentrationen bei den Färbverfahren auf das Flottengewicht und bei den Druckverfahren auf das Druckpastengewicht beziehen.

Eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht vor, daß hier ein Hilfsmittel verwendet wird, das neben den zuvor genannten Cyclodextrinen bzw. den entsprechenden Derivaten davon noch lineare Dextrine und/oder Derivate davon umfaßt. Hierbei bewirken die linearen Dextrine bzw. die entsprechenden Derivate eine weitere Solubilisierung der Dispersionsfarbstoffe, so daß die Konzentration an molekulardispersen Farbstoff in der Färbeflotte bzw. in der Druckpaste weiter vergrößert wird. Grundsätzlich kann man hierfür jedes lineare Dextrin, beispielsweise ein solches, das aus Glukoseeinheiten oder Maltoseeinheiten aufgebaut ist, einsetzen, sofern sichergestellt ist, daß die zuvor beschriebene Solubilisierung der Dispersionsfarbstoffe und damit die Bildung von moleküldispersen Farbstoff verbessert wird. Besonders gute Ergebnisse erzielt man, wenn man als lineares Dextrin ein Dextrin einsetzt, das aus Glukoseeinheiten aufgebaut ist und ein Molekulargewicht zwischen 400 und 2000, insbesondere zwischen 900 und 1400, aufweist.

Die vorhergehende Beschreibung spricht mehrfach die Derivate der Cyclodextrine und die Derivate der linearen Dextrine an. Unter diese Derivate der Cyclodextrine und der linearen Dextrine fallen insbesondere die Ether-, vorzugsweise die linearen und verzweigten Alkylether, die Ester, vorzugsweise die Alkylester, halogenierte, sulfatierte und sulfonierte Dextrine, Dextrinester und Dextrinether sowie Alkylierungsprodukte der zuvor genannten Verbindungen. So konnte beispielsweise festgestellt werden, daß ein Zusatz von methylierten Cyclodextrinen die Oberflächenspannung des wäßrigen Systems (Färbeflotte bzw. Druckpaste) erheblich verringern, was seinerseits eine weitere Verkürzung der Färbezeit bzw. der Dämpfzeit zur Fixierung der Drucke bewirkt.

Die vorliegende Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Substraten mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 9.

Erfindungsgemäß wird somit ein Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Substraten mit mindestens einem Dispersionsfarbstoff, insbesondere zum Färben bzw. Bedrucken von polyesterhaltigen Substraten, vorgeschlagen, bei dem man das Substrat mit einer Färbeflotte bzw. Druckpaste behandelt. Hierbei weist im Gegensatz zu den vorstehenden Ausführungen die Färbeflotte bzw. Druckpaste kein entsprechendes Hilfsmittel auf, durch das der Dispersionsfarbstoff in die moleküldisperse Form überführt wird. Vielmehr wählt man für diese Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens einen Dispersionsfarbstoff aus, der als Hilfsmittel mindestens ein Cyclodextrin und/oder Derivat von Cyclodextrin enthält. Mit anderen Worten liegt der hierbei eingesetzte Dispersionsfarbstoff bereits als Ausgangssubstanz in einer moleküldispersen Form als Molekülschlußverbindung in dem Cyclodextrin bzw. in den zuvor genannten Derivaten vor, so daß ein derartiger Farbstoff im Vergleich zu den üblichen Dispersionsfarbstoffen eine wesentlich höhere Löslichkeit in wäßrigen Systemen besitzt. Dies wiederum führt dazu, daß während des Färbe- bzw. Druckvorganges stets die erforderliche Konzentration an moleküldispers gelöstem Farbstoff vorhanden ist, wodurch besonders egale Färbungen innerhalb kürzester Zeiten bzw. besonders egale Drucke innerhalb kürzester Fixierzeiten (Dämpfzeiten) erzielbar sind. Darüber hinaus weist die Verwendung von Cyclodextrinen bzw. der zuvor genannten Derivate davon noch den Vorteil auf, daß die Cyclodextrine bzw. die zuvor genannten Cyclodextrinderivate als Stellmittel toxikologisch unbedenkbar und biologisch abbaubar sind, wie dies bereits eingangs beschrieben ist. Auch läßt sich diese Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besonders einfach durchführen, da es hierbei nicht erforderlich ist, die Färbeflotte bzw. die Druckpaste mit einem separaten Hilfsmittel zu versehen.

Grundsätzlich wird bei dieser Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens mindestens ein Dispersionsfarbstoff eingesetzt, der pro Molekül Dispersionsfarbstoff mindestens ein Molekül Cyclodextrin und/oder Cyclodextrinderivat aufweist. Hierdurch wird sichergestellt, daß die notwendige Konzentration an dem molekül-dispersen gelösten Farbstoff in der Färbeflotte bzw. der Druckpaste vorhanden ist. Wird nach dieser Ausführungsvariante mit einer Kombination von mehreren Dispersionsfarbstoffen gefärbt, so besteht die Möglichkeit, hierfür Dispersionsfarbstoffe einzusetzen, die alle den zuvor beschriebenen Zusatz von Cyclodextrin bzw. Cyclodextrinderivaten besitzen. Selbstverständlich können jedoch auch herkömmlich formulierte Dispersionsfarbstoffe eingesetzt werden, wobei in diesem Fall mindestens ein Dispersionsfarbstoff vorhanden sein muß, der den Cyclodextrin- bzw. Cyclodextrinderivatzusatz enthält.

- 10 Bezüglich der weiteren Ausgestaltungen dieser Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, insbesondere bezüglich des chemischen Aufbaues und der Konzentration der Cyclodextrine, des Zusatzes von linearen Dextrinen sowie der Verwendung eines Cyclodextringemisches und des chemischen Aufbaues der Cyclodextrinderivate gelten die zuvor wiedergegebenen Ausführungen.

- 15 Besonders gute Ergebnisse bezüglich der Egalität und der verkürzten Färbezeiten erzielt man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren, wenn man es zum Färben von textilen Substraten nach dem Ausziehfärbeverfahren anwendet. Hierbei wird das textile Substrat bei einem Flottenverhältnis zwischen etwa 1 : 3 bis etwa 1 : 40, insbesondere zwischen etwa 1 : 8 und 1 : 15, gefärbt, wobei die Endtemperaturen der Färbung zwischen etwa 110°C und etwa 150°C, vorzugsweise zwischen etwa 120°C und etwa 135°C, variieren. Der pH-Wert liegt zwischen etwa 3,5 und 7, vorzugsweise zwischen 4,5 und 6.

- 20 Eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht vor, daß man am Ende der Färbung den pH-Wert vorzugsweise auf 8 bis 10 einstellt. Hierdurch wird erreicht, daß der moleküldisperse Farbstoff, der in dem Hohlraum des Cyclodextrins bzw. des Cyclodextrinderivates eingelagert ist, aus dem Hohlraum verdrängt bzw. das Cyclodextrin bzw. -derivat zerstört wird, wodurch eine bessere Baderschöpfung erreichbar ist. Ein Zusatz von Oxidationsmitteln, wie beispielsweise Wasserstoffperoxid oder Persalze, beschleunigt diesen Vorgang weiter, so daß die Baderschöpfung noch weiter verbessert wird.

- 25 Vorteilhafte Weiterbildungen des erfindungsgemäßen Verfahrens sind in den Unteransprüchen wiedergegeben.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird nachfolgend anhand der folgenden Ausführungsbeispiele näher erläutert.

- 30 Auf einem Laborfärbeapparat wurde jeweils eine Kreuzspulfärbung mit unterschiedlichen Färbeflotten nach einem Ausziehfärbeverfahren durchgeführt. Hierbei wurde jeweils ein Polyester multifilamentgarn 150 f 48/1 (1,35 kg Warengewicht, gepreßt auf  $3,56 \text{ l} \times \text{kg}^{-1}$ ) auf eine Kreuzspule aufgebracht und von innen nach außen bei einer Flottenzirkulation von  $30 \text{ l} \times \text{kg}^{-1} \times \text{min}^{-1}$  bei einem Flottenverhältnis von 1 : 18 durchströmt.

- 35 Bei 70°C beginnend wurde die Flotte mit  $2^\circ \text{C} \times \text{min}^{-1}$  auf 130°C aufgeheizt, anschließend 5 Min. bei 130°C verweilen gelassen und danach mit  $5^\circ \text{C} \times \text{min}^{-1}$  auf 70°C abgekühlt. Nach dem gründlichen Spülen mit heißem und kaltem Wasser wurde jede Kreuzspule getrocknet.

Anschließend wurde beim Abwickeln der Spule alle 5 mm des Spulendurchmessers eine Probe entnommen, von der farbmetrisch die  $\Delta E$ -Werte ermittelt wurden.

- 40 Die zuvor beschriebenen Färbungen wurden jeweils mit 2% C.I. Disperse Orange 13 (Farbstoff als Handelsware) durchgeführt. Hierzu wurde der Farbstoff in üblicher Weise angeteigt, wobei die fertige Färbeflotte durch Zusatz von der erforderlichen Menge Essigsäure und Natriumacetat auf einen pH-Wert von 4,8 eingestellt wurde.

- 45 Unter denselben Bedingungen wurden einerseits Färbungen ohne Egalisiermittel sowie unter Zusatz eines herkömmlichen Egalisiermittels auf Basis einer Zubereitung aus Alkylophenol und Fettsäurepolyglykolether und andererseits unter Zusatz von  $0,3 \text{ g} \times \text{l}^{-1}$   $\beta$ -Cyclodextrin sowie 3 g/l eines Gemisches von Dextrinen, das neben linearen Dextrinen insgesamt 15 bis 22 Gew.-% eines Gemisches aus  $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\gamma$ -Cyclodextrinen enthält, durchgeführt, wobei der Anteil an  $\alpha$ -Cyclodextrin 5–7 Gew.-%, der Anteil an  $\beta$ -Cyclodextrin 3–5 Gew.-% und der Anteil von  $\gamma$ -Cyclodextrin 7–10 Gew.-% in diesem Gemisch ausmachten.

Die Ergebnisse dieser vergleichenden Färbeversuche sind in der Abb. 1 wiedergegeben.

- 50 Wie aus der Abb. 1 zu entnehmen ist, weist die Garnspule, die unter Zusatz eines herkömmlichen Egalisiermittels gefärbt wurde, vor allen Dingen im inneren Bereich der Spule, d. h. in einem Abstand bis zu 20 mm vom Spulenkern eine hohe Farbunegalität auf. Demgegenüber sind sowohl die Färbungen, die unter Zusatz des Cyclodextringemisches, des  $\beta$ -Cyclodextrins und ohne jegliches Egalisiermittel durchgeführt worden, über die Dicke des Spulenkörpers gesehen wesentlich gleichmäßiger bezüglich der Farbegalität, wobei die mit Zusatz von  $\beta$ -Cyclodextrin und des Cyclodextringemisches durchgeführten Färbungen noch über die Dicke des Spulenkörpers gesehen deutlich egalere sind als die Färbungen, die ohne jede Egalisiermittel ausgeführt wurden.

#### Patentansprüche

- 60 1. Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Substraten mit Dispersionsfarbstoffen, insbesondere zum Färben von polyesterhaltigen Substraten, bei dem man das Substrat mit einer ein Hilfsmittel enthaltenden Färbeflotte bzw. einer Hilfsmittel enthaltenden Druckpaste behandelt, dadurch gekennzeichnet, daß man ein solches Hilfsmittel verwendet, das mindestens ein Cyclodextrin und/oder mindestens ein Derivat des Cyclodextrins enthält.

- 65 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man ein solches Hilfsmittel einsetzt, das ein Cyclodextrin mit 5 bis 12 Glukoseeinheiten, insbesondere  $\alpha$ -,  $\beta$ - und/oder  $\gamma$ -Cyclodextrine und/oder entsprechende Derivate davon enthält.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man ein solches Hilfsmittel verwendet, das ein

G.  
4.  
β-  
Hi-  
5. V  
β-C  
6. V  
in e  
3 G  
7. V  
Hill  
Der  
8. V  
zwei  
9. V  
stoff  
strat  
Disp  
vat v  
10. V  
Dispe  
11. V  
des C  
oder  
Verbi  
12. V  
Subst:  
13. Ve  
verhöl  
110°C  
zwich  
14. Ver  
zwich  
15. Ver  
Oxidat:

- in Disper-  
1 und/oder  
n molekül-  
er Ausführ-  
fähigkeit,  
extrin bzw.  
dispersions-  
in muß, der
- rens, insbe-  
satzes von  
fbaues der
- an bei dem  
ärbeverfah-  
etwa 1 : 40,  
ischen etwa  
t-Wert liegt
- der Färbung  
arbstoff, der  
hlraum ver-  
reichbar ist  
unigt diesen
- wiedergege-
- näher erläu-
- efflotten nach  
m 150 f 48/1  
n nach außen  
ömt.  
lin. bei 130° C  
en mit heißem
- e entnommen,
- f als Handels-  
rbflotte durch  
4,8 eingestellt
- r Zusatz eines  
olyglykolether  
Dextrinen, das  
xtrinen enthält,  
5 Gew.-% und
- en Egalisiermit-  
zu 20 mm vom  
ter Zusatz des  
orden, über die  
i die mit Zusatz  
icke des Spulen-  
wurden.
- en, insbesondere  
mittel enthalten-  
zeichnet, daß  
ens ein Derivat
- einsetzt, das ein  
e und/oder ent-  
wendet, das ein
- Gemisch von  $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\gamma$ -Cyclodextrinen und/oder Derivate davon umfaßt
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man ein solches Hilfsmittel einsetzt, daß das  $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\gamma$ -Cyclodextrin in einer Konzentration jeweils zwischen 3 Gew.-% und 30 Gew.-%, bezogen auf das Hilfsmittel, aufweist.
5. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man ein solches Hilfsmittel einsetzt, das  $\beta$ -Cyclodextrin und/oder ein Derivat davon enthält.
6. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man das Hilfsmittel in einer Konzentration zwischen 0,01 Gew.-% und 10 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 0,03 Gew.-% und 3 Gew.-%, jeweils bezogen auf die Färbeflotte bzw. Druckpaste, der Färbeflotte bzw. Druckpaste zusetzt.
7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man ein solches Hilfsmittel zusetzt, das neben den Cyclodextrinen bzw. Derivaten davon noch lineare Dextrine und/oder Derivate davon umfaßt.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die linearen Dextrine ein Molekulargewicht zwischen 400 und 2000, insbesondere zwischen 900 und 1400, aufweisen.
9. Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Substraten mit mindestens einem Dispersionsfarbstoff, insbesondere zum Färben bzw. Bedrucken von polyesterhaltigen Substraten, bei dem man das Substrat mit einer Färbeflotte bzw. Druckpaste behandelt, dadurch gekennzeichnet, daß man mindestens einen Dispersionsfarbstoff auswählt, der als Hilfsmittel (Stellmittel) Cyclodextrin und/oder mindestens ein Derivat von Cyclodextrin enthält.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß man einen Farbstoff einsetzt, der pro Molekül Dispersionsfarbstoff mindestens ein Molekül Cyclodextrin und/oder Cyclodextrinderivat aufweist.
11. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man als Derivate des Cyclodextrins bzw. als Derivate des Dextrins Dextrinether, Dextrinester, sulfatierte, sulfonierte und/oder halogenierte Dextrine, Dextrinether, Dextrinester und/oder alkylierte Derivate der zuvor genannten Verbindungen einsetzt.
12. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man das textile Substrat nach einem Ausziehfarbverfahren färbt.
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß man das textile Substrat bei einem Flottenverhältnis zwischen 1 : 3 und 1 : 40, insbesondere zwischen 1 : 8 und 1 : 15, bei einer Temperatur zwischen 110°C und 150°C, vorzugsweise bei einer Temperatur zwischen 120°C und 135°C bei einem pH-Wert zwischen 3,5 und 7 färbt.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß man am Ende der Färbung einen pH-Wert zwischen 8 und 10 einstellt.
15. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, daß man am Ende der Färbung ein Oxidationsmittel, insbesondere Wasserstoffperoxid oder ein wasserlösliches Persalz, zusetzt.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

